



① 日本国特許庁
公開特許公報

特 許 願 (Z1) 昭和 47.12.21 日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

2. 発明者 ^{ホットプレス方法}
横濱市磯子区磯子町8
東京芝浦電気株式会社横浜金属工場内

3. 特許出願人

(307) 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
東京芝浦電気株式会社
代表者 玉 置 敏 三

4. 代理人

〒105 東京都港区芝西入保町16番地
東京芝浦電気株式会社虎ノ門分室内
電話 503-7111 (大代表)
(6628) 弁護士 富 岡 章

①特開昭 49-97005
④公開日 昭49.(1974) 9. 13
②特願昭 47-12772/
③出願日 昭47.(1972)12.2/
審査請求 未請求 (全7頁)

庁内整理番号 ⑤日本分類
7106 41 20B63
6452 42 10 A603



109

Best Available Copy

明 細 書

1. 発明の名称 ホットプレス方法
2. 特許請求の範囲

ホットプレス成形にて焼結成形体を得るに際し、
所望の形状でなる内腔面構造を分割型で構成する
内側型とこの内側型を嵌合する外側型との少くとも二重構造で形成したモールド外型を使用してこのモールド型中に被成形物を取容した後、所望の条件でホットプレスすることを特徴とするホットプレス方法。

3. 発明の詳細を説明

本発明はホットプレス方法に関する。

ホットプレス焼結法によつて円筒状あるいはリング状等の中空体を製造する場合には、一般に次のような方法が取られている。即ち図1図に従来より行われている円筒体のホットプレスに使用されるモールドの一例を断面図で示すが、同図を参照して説明すると、円筒状のモールド外型(1)内に嵌合可能な円筒状の上パンチ(2)と下パンチ(3)間に粉末等てなる被成形物(4)を挿入し、この上パンチ

(4)、下パンチ(2)および被成形物(4)の中心部を貫通して中芯(5)を挿入した後、これを装置内に設置して焼成温度に保持しながら前記上パンチ(2)および下パンチ(2)にて被成形物(4)を加圧することにより、ホットプレス成形がなされ、円筒体を得られる。
ところでこのような方法は、1000℃以下の焼成温度でホットプレスする場合、加圧力が小さい場合あるいは被成形物とモールド型面とが離脱性の良好な場合等では好適に成形することができるのであるが、被成形物のホットプレス温度が1000℃以上とくに1500℃以上の高温の場合、加圧力が大きい場合、被成形物の離脱性が悪い場合、あるいは1つのモールド中で複数の被成形物を同時にホットプレスしたい場合などには次のような欠点を生じる。即ちホットプレスを行う場合、通常加圧方向は円筒状あるいはリングの軸方向のみである。そのため加熱加圧中に被成形物は押圧されても、パンチ方向に反発する力は打消され、モールド外壁や中芯を圧迫するようになる。そして前記外壁の内周面や中芯の外周を非常に強

い力で押圧する。一般に1800℃以上の高温でホットプレスを行う場合は、カーボンモールドを用いざるを得ないが、上記の押圧力でモールドが変形することもしばしばあり、モールド内側に裂部が形成されてしまうことも多い。さらに脆性が悪い場合などモールドと被成形体とが咬み込み現象を生じ、モールドを破壊することなく成形体を取り出す事が不可能となる。又逆に成形体にクラックを生じることもあり、さらに成形中にモールドが破壊してしまうこともある。

本発明方法は上記のよう欠点を除去したもので、1000℃以上とくに1800℃以上の高温においても良好な状態にて再現性良くかつ成形性良くホットプレスする方法を提供するものである。

即ち本発明方法は、モールド外層を二重以上の構造とし、その最内のモールド被成形体は少なくとも2分割以上に分割可能な分割型としたものを使用して、ホットプレス後にモールドから成形体を容易に取り出すことを可能にしかつホットプレスに十分耐えるようにしたことを特徴とするものである。

力でホットプレスを行つた後においても、前記内側層(18)をその軸方向に押圧することによつて内側層(18)と外側層(11)で容易に離接することができ、しかもその後内側層(18)は(18')、(18'')に分離することが簡単であるので、成形物を全く破壊することなく取り出すことができる。

次に円筒成形体を得るのに好適なモールドの一例をオ3図(a)、(b)を参照して説明する。

オ3図(a)、(b)はモールドの側断面図および平面図である。同図において、モールド外層は外層(21)と内層(22)の二重構造であつて、直接被成形物と接する内層(22)は平面図から判るように(22')、(22'')の如く割断とされている。そして複数の被成形物(20)が円筒状の中板(24)を介在させて多段に積重ねられる。そしてこのようにされた多層となる被成形物(20)がモールド中に前記内層(22)の面にその一部が接触するようにされて収容される。さらにまた前記中板(24)を貫通して中芯(27)が挿入される。この中芯(27)としては被成形物(20)とは反応せずしかも被成形物(20)より融点の

る。また本発明方法は、前記に加えるに、中芯はホットプレス温度以上の融点を有し、少なくともホットプレス時被成形体と反応することのない粒状又は粉状体で構成してホットプレスすることによつて、好ましい脆性、成形性に中空体を製造することを特徴とする。

以下図面に従つて本発明方法を更に詳述する。

オ3図(a)、(b)は円筒状の成形体を1つのモールド中で複数個同時にホットプレスする際に使用して好適なモールドの側断面図および平面図である。同図について説明すると、モールド外層は外側層(11)および内側層(12)の二重構造となつており、特に直接被成形物(18)に当接する内側層(12)は(12')、(12'')の割断よりなつてゐる。(この場合、分割は2つ以上でも良い。)被成形物(18)はモールド外層の内側層(12)内にて、中板(15)を挟んで多段に設置され、その最下面および最上面は下パンチ(27)および上パンチ(13)に当接されて挟持される。このようなモールドを使用してホットプレスを行えば、1000℃以上の高温度でかつ高圧

高い物質の粉末又は粒状物が適当な密度で充填される。

そして上パンチ(25)および下パンチ(26)が前記多層の被成形物(20)に対してその軸方向より押圧可能なるように配設される。

このように構成されたモールドを使用してホットプレスを行えば、被成形物(20)には中板(24)を介してその軸方向からの圧力がかかると同時に中心部に充填されている粉末又は粒状物である中芯にも軸方向に圧力がかかる。そして被成形物(20)の縮むと同時に中芯も縮んで、その充填割合が密になつていく。したがつて被成形物は、その径方向即ち中芯を押圧する方向にも縮めようとするが中芯も前記と逆方向即ち被成形物を径方向より押圧する方向に縮めようとしており、中芯の最初の充填割合を経験的に適当にしておけば被成形物は中芯方向に不自然に変形することなく、かつ被成形物の成形性も良くホットプレスすることが可能となる。

そしてホットプレス後はモールドの内層(22)を

軸方向一方より押圧すると、外弁(31)と内弁(32)間で容易に離脱して抜き廻ができる。また抜き廻において内弁(32)は(32'), (32'')に分割して簡単に抜き廻より取り外せる。さらに中心部は充填物が粉末あるいは粒状のままであるから、適当な棒状物でつき出すことによつて簡単に棒状又は粒状にて被成形物より分離できる。したがつてこのようにホットプレスされたものでは離脱が極めて容易である。

なお中心用充填物としては、とくに1500℃以上の高温でのホットプレスでは、カーボン粉末とくに網状黒鉛、炭化珪素、窒化ボロン、碳化チタン、窒化アルミニウム、窒化チタン、酸化アルミニウム等の各種炭化物、硼化物、窒化物、炭化物等の一種以上を粉末状又は粒状にて充填するのが良く、被成形物の材質によつて適宜選択使用すればよい。

また充填物の充填割合は、その被成形物の形状性質等を加味して経験的に設定することができ、充填密度50%~60%の範囲で適宜選択できる。

次にこうして得られたモールドを温度1800℃、圧力400 kg/cm²、保持時間50分間の諸条件下において、窒素雰囲気中でホットプレス焼結を行つた。

焼結後の成形体を取り出す工程についてオ5図(a)および(b)によつて説明すると、まずオ5図(a)に示すように、モールドの外弁(31)を保持しながら、内弁(32)を軸方向に押圧すると、外弁(31)と内弁(32)は簡単に離脱する。次にこの内弁(32)は割型であるから、オ5図(b)に示すように、(32')と(32'')とは前記多層体から容易に取り外せる。

このようにして成形体はモールドを何ら損傷することなく簡単に離脱することができた。また焼結後の成形体はすべて寸法形状が外径40 mm、厚さ5.5 mmの円盤状で成形性も良好であつた。

具体例2

具体例1と同様のモールドを用いて、平均粒径1μの窒化アルミニウム粉末をホットプレス焼結して成形体とした。ホットプレス条件は温度1800℃、圧力400 kg/cm²、保持時間20分間、窒素

以下具体例に従つて更に詳述する。

具体例1

モールド材質としてはカーボンを使用し、オ4図(a), (b)に側断面図および平面図にて示すようなモールドを用意した。即ち外弁(31)として外径100 mm、内径50 mm、高さ100 mmのシリンダーと、この外弁(31)中に内弁(32)として外径50 mm、内径40 mm、高さ100 mmとなるように分割型(32'), (32'')を嵌合配置する。かくて外弁(31)および内弁(32)によつて二重構造の外型が得られる。

次に外径40 mm、厚さ5 mmのカーボン製中板(34)を複数用意し、また被成形物としては平均粒径1μの窒化チタン粉末を外径40 mm、厚さ10 mmの圧粉成形体としたものを複数用意して、この圧粉成形体(即ち被成形体(即ち被成形物))と前記中板を順次積重ねることによつて多層体とした。

そしてこの多層体を前記内弁(32)の中に上パンチ(35)および下パンチ(36)間に設置した。

気は窒素中であつた。

その結果モールドに何ら損傷を与えず離脱でき、成形性も良好であつた。

具体例3

被成形物として平均粒径1.2μのアルミナ99.5と残部SiO₂、CaOよりなる粉末を採用し、ホットプレス条件は温度1600℃、圧力500 kg/cm²、保持時間50分間、雰囲気は窒素中として具体例1と同様にホットプレス焼結した。その結果十分に緻密なアルミナ成形体が離脱性良く得られた。

具体例4

被成形物として平均粒径1.2μの窒化珪素を採用し、ホットプレス条件としては1700℃で400 kg/cm²の圧力で窒素雰囲気中に60分間保持して焼結成形した。

その結果モールドを破壊することなく成形体が離脱性、成形性とも良好で得られた。

具体例5

具体例1と同様の外径、上下パンチを用い、中

板としては外径40 mmφ、内径30 mmφ、厚さ5 mmのカーボン製円盤体を複数個用意する。

被成形物としては平均粒径1μの窒化チタン粉末を外径40 mmφ、内径30 mmφ、厚さ1.0 mmのリング状に圧粉成形したものを複数個準備する。そしてこの被成形物と、前記中板とを順次重ねて多層に形成する。次にこの多層体をモールド中に下パンチを受け台として挿入した後、多層体の中心部に形成されている透過部部分に中心用充填物として平均粒径60μのカーボン粉末を充填し、適当な押締にて突固めてその上面が多層体の上面と等しくなるようにする。次いで上パンチを挿入した後、温度1800℃、圧力400 kg/cm²、保持時間30分間、雰囲気窒素中の諸条件でホットプレス焼結した。

焼結後においては、具体例1と同様にしてモールドと被成形体とは簡単に取り外してきた。また中心となつたカーボン粉末も細棒にて突き出すことによつて容易に取り除くことができ、外径40 mmφ、内径12.3 mmφ、厚さ5.5 mmの十分に緻密

その結果では具体例5と同様に簡単に成形体を取り出すことができ、外径40 mmφ、内径12.3 mmφ、厚さ5.5 mmに焼結した密な成形体を得た。なお充填物の除去しやすさは具体例5と比較してやや劣っていた。

具体例7

具体例5と同様にして、充填物としては鋼状風船を使用してホットプレスを行つたところ、外径40 mmφ、内径12.3 mmφ、厚さ5.5 mmの窒化チタン成形体を得ることができた。

とくに鋼状風船は焼結後の充填物除去が簡単であることが判つた。

具体例8

オ6図(a)、(b)に平面図および側断面図で示すような形状のAL₂O₃圧粉成形体を複数個被成形物として用意した。

又モールドとしてはオ7図(a)、(b)に平面図および側断面図で示すように、外周は外径100 mmφ、内径60 mmφ、高さ100 mmの外枠(51)と、この外枠(51)に嵌合される外径60 mmφ、高さ

修閑 昭49-97005(4)
なリング状成形体を得ることができた。

なおこの場合は充填物の収縮度合が比較的大きく、被成形物の押圧による径方向への移動現象が生じるけれども、その移動度合はホットプレス時の押圧力、被成形物および中心用充填物の各材質を一定にすると、一定であることが経験的に知ることができるので、予め焼結前に移動度合を見込んだ被成形物寸法にしておけば焼結後所望寸法の成形体を得られる。また充填物の最初の充填度合を適当にしておけば、被成形物が局部的に変形する恐れはないことが確認されているので、成形体の成形性が悪くなることはない。

具体例8

具体例5と同様にして、被成形物として窒化アルミニウムを、また中心用充填物としては炭化ケイ素粉末5部に対し窒化硼on粉末1部の割合の混合粉末をそれぞれ採用してホットプレス焼結した。なおホットプレス条件としては、温度1850℃、圧力550 kg/cm²、保持時間30分間で行つた。

100 mmで内部に軸方向に断面八角形なる貫通孔部を有する内枠(52)とで構成した二重構造とした。なおこの八角形状は前記被成形物と同一にしてあり、被成形物が嵌合可能にして置く。また内枠(52)は(52a)、(52b)、(52c)、(52d)の4分割部分で構成される。また中板(54)はオ6図に示した形状のものを複数個用意した。上パンチ(53)、下パンチ(55)は前記内枠(52)の貫通孔部に嵌合可能としたものを用意した。

そして前記被成形物(56)と中板(54)とを順次重ねて多層に形成した後、前記下パンチ(55)を受け台としてモールド中の貫通孔部に挿入した。次いで中心用充填物として窒化チタンを密に充填した後、上パンチ(53)を上部より設置しホットプレスに供した。

ホットプレス条件としては温度1800℃、圧力300 kg/cm²、保持時間30分間で行つた。

その結果、成形性、耐湿性とも良好にホットプレス焼結できることが解つた。

具体例 9

具体例 8 と同様にして、被成形物としては平均粒径 20μ 以下の AlN 粉末でなる圧粉成形体を、また中心用充填物としては平均粒径 60μ の AlN 造粒粉末をそれぞれ採用し、他は同様にしてホットプレスにより中空体の製造を行つた。

その結果では、成形物、充填物ともに同種の材料であるが、粒度が極端に相違するため、中心用充填物はほとんど焼結することなく、中心としての役割を果たすことが解つた。

そしてこの場合、成形物、充填物ともに同一材料のため、熱膨張などが等しく、加熱、冷却時の不必要な応力が生じることがない。

また焼結時成形物と中心充填物は溶着することなく簡単に取り出すことができ、また充填時の充填度合も粒度が粗いほど充填しやすいから便利である。さらに好ましくは充填物表面に BM 等をペースト状にして塗布したものを使用しても良い。

以上詳述したように、本発明方法によれば、円筒体、リング状体、あるいは断面形状が多角形な

る中空体等種々の複雑な形状のものを、ホットプレス成形によつて簡単に得ることができるので貴産化製品の成形方法として好適である。

とくに高温、高圧下でのホットプレス成形においてはこれまで確立された成形方法がなく、モールドの消耗品化を余儀なくされていたけれども、本発明方法によればモールド外周の多重構造化によつて構造上の強化を計ると共に抜型等を容易にし、さらに被成形物と接触する部分は分割型にして離脱を容易にし、また中空体の製造に際しては中心として適当な粉末充填物を使用することにより、離型性、成形性を損ねることのないようにした。

したがつて再現性良くホットプレス成形が可能となり、また従来の欠点をことごとく解消できた。

4. 図面の簡単な説明

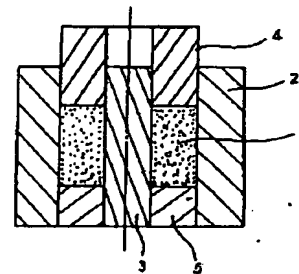
オ 1 図は従来方法におけるホットプレス成形方法を説明するためのモールドの側断面図および平面図、オ 2 図乃至オ 7 図は本発明方法を説明するためのモールドの側断面図および平面図、オ 8 図

乃至オ 7 図は本発明方法を説明するためのホットプレス用モールドあるいは被成形物の側断面図および平面図である。

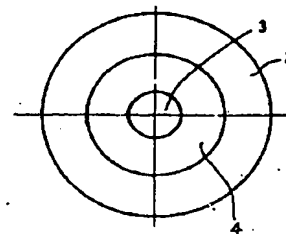
- 1 : 被成形物、 2 : モールド外型、
3 : 中 心、 4 : 上パンチ、
5 : 下パンチ。

代理人 弁理士 富 岡 幸 (ほか 5 名)

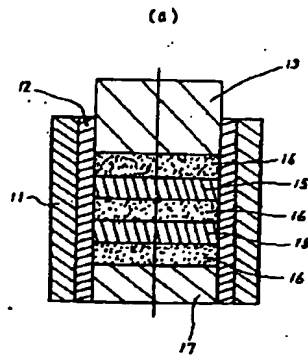
オ 1 図
(a)



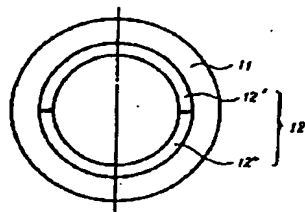
(b)



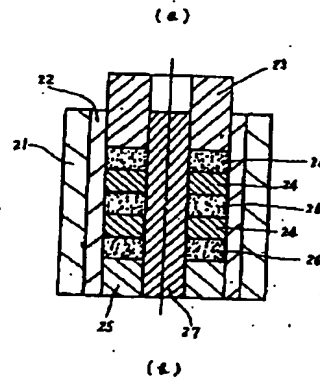
才 2 図



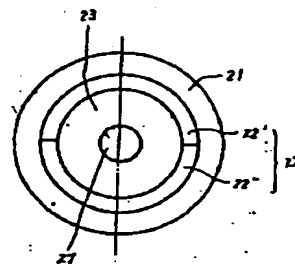
(b)



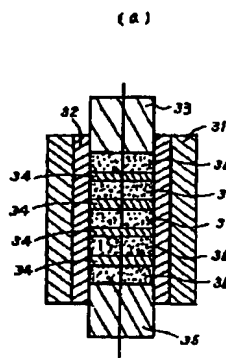
才 3 図



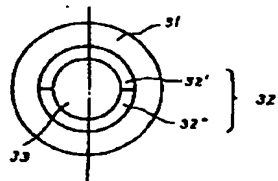
(b)



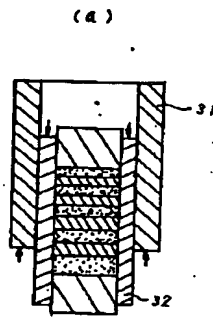
才 4 図



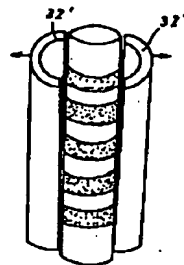
(b)



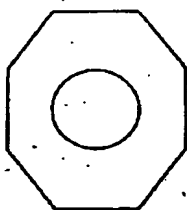
才 5 図



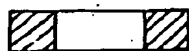
(b)



オ 6 図
(a)

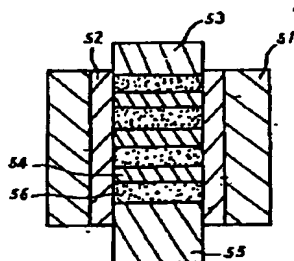


(b)

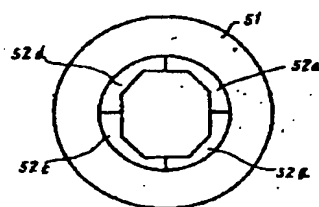


オ 7 図

(A)



(B)



α 1. 添付書類の目録

(1) 委任状	1 通
(2) 明細書	1 通
(3) 図面	1 通
(4) 願書副本	1 通

α 1. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

代 理 人

東京都港区芝西久保町 16 番地
東京芝浦電気株式会社 虎ノ門分室内

(7317) 弁護士 則 近 憲 佑

同 所 弁護士 峰 隆 司

(7567) 同 所 弁護士 竹 花 喜 久 男

(7568) 同 所 弁護士 竹 花 喜 久 男

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.